

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-312558

(43)Date of publication of application : 04.11.1992

(51)Int.Cl.

C07C217/92
G03G 5/06

(21)Application number : 03-078821

(71)Applicant : MITSUI TOATSU CHEM INC

(22)Date of filing : 11.04.1991

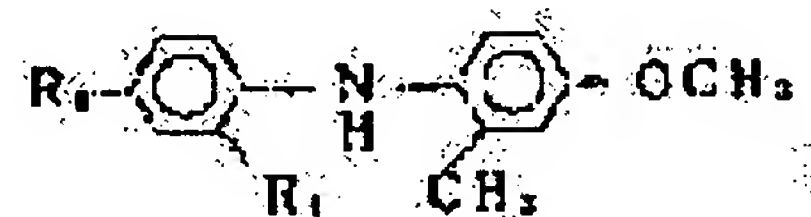
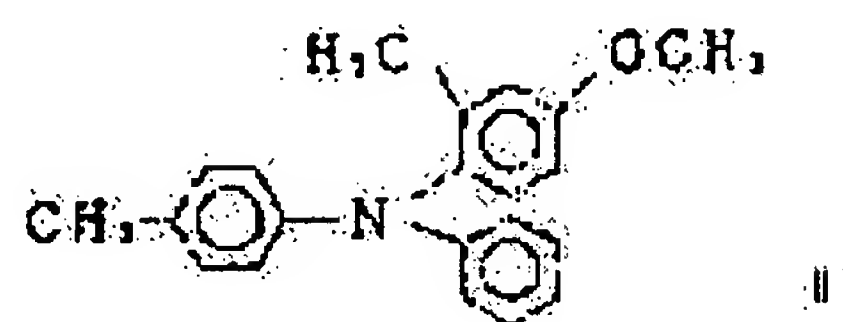
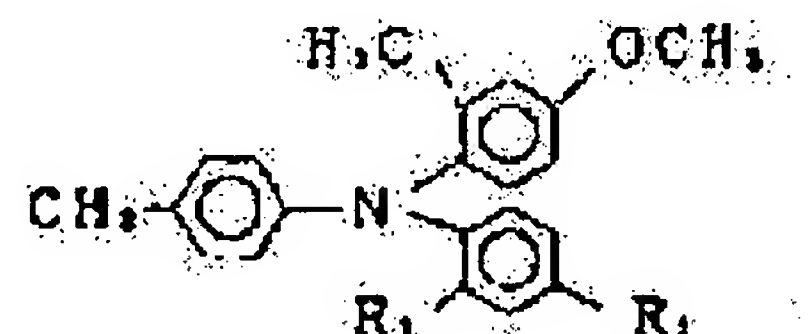
(72)Inventor : OGUCHI TAKAHISA
KARASAWA AKIO
ITO NAOTO

(54) TRIARYLAMINE COMPOUND AND ELECTROPHOTOGRAPHIC PHOTORECEPTOR CONTAINING THE COMPOUND

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a new triarylamine compound easily producible at a low cost and useful as an organic photo-conductor for an electrophotographic photoreceptor, having high sensitivity and durability and giving low fluctuation of potential between light region and dark region in the formation of a continuous image by the repeated charging and exposure.

CONSTITUTION: The triarylamine compound of formula I (R₁ is H or methyl), e.g. the compound of formula II. The compound can be produced by reacting an aryl halide (e.g. p-iodotoluene) with a compound of formula III in the presence of a base (e.g. anhydrous potassium carbonate) of an amount nearly equal to the amount of the compound of formula III using copper powder as a catalyst in a solvent having a high boiling point (e.g. o-dichlorobenzene) under a flow of an inert gas (e.g. nitrogen) under stirring at 100-300°C for 5-50hr. An electrophotographic photoreceptor containing the above compound in the photosensitive layer on an electrically conductive substrate can be widely utilized in the application fields of electrophotography such as laser printer, CRT printer and electronic photoengraving system in addition to electrophotographic copying machine.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-312558

(43) 公開日 平成4年(1992)11月4日

| | | | | |
|---------------------------|-------|---------|-----|--------|
| (51) Int.Cl. ⁵ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
| C 0 7 C 217/92 | | 6742-4H | | |
| G 0 3 G 5/06 | 3 1 2 | 8305-2H | | |

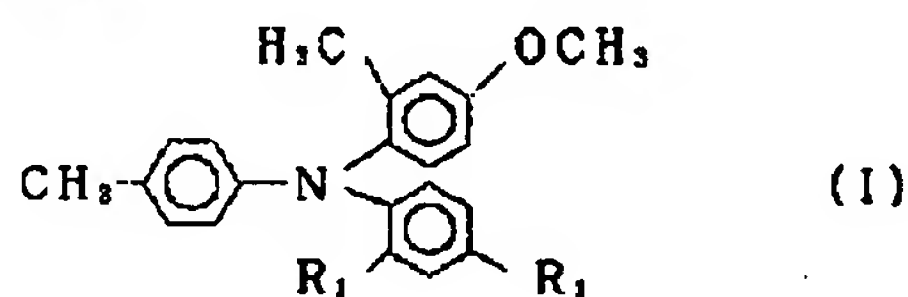
審査請求 未請求 請求項の数2(全11頁)

| | | | |
|-----------|-----------------|----------|--|
| (21) 出願番号 | 特願平3-78821 | (71) 出願人 | 000003126 三井東圧化学株式会社 東京都千代田区霞が関三丁目2番5号 |
| (22) 出願日 | 平成3年(1991)4月11日 | (72) 発明者 | 小口 貴久 神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地三井東 圧化学株式会社内 |
| | | (72) 発明者 | 唐澤 昭夫 神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地三井東 圧化学株式会社内 |
| | | (72) 発明者 | 伊藤 尚登 神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地三井東 圧化学株式会社内 |

(54) 【発明の名称】 トリアリールアミン化合物およびそれを含有してなる電子写真用感光体

(57) 【要約】

【構成】 下記一般式 (I) で示されるトリアリールアミン化合物、



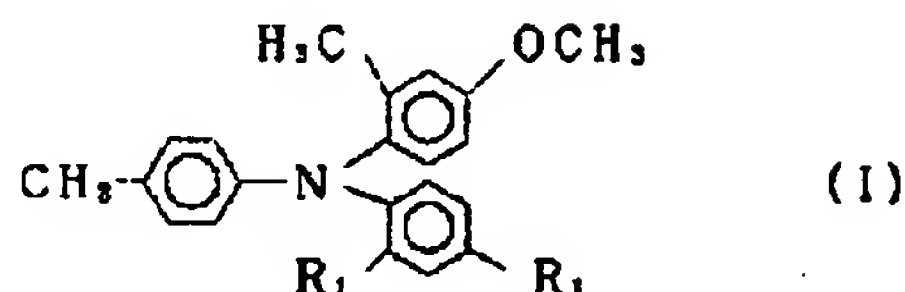
(式中、R₁ は水素原子またはメチル基を示す。) 及びそれを導電性支持体上の感光層に含有する電子写真用感光体。

【効果】 この化合物を含有する電子写真用感光体は高感度であり、また繰り返し帯電・露光による連続画像形成に際して明部電位と暗部電位の変動が小さい耐久性に優れた電子写真用感光体を提供できるものである。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式（I）（化1）で示されるトリアリールアミン化合物。

【化1】



（式中、R₁ は水素原子またはメチル基を示す。）

【請求項2】 導電性支持体上に感光層を有する電子写真用感光体において、感光層が請求項1記載のトリアリールアミン化合物を含有することを特徴とする電子写真用感光体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は電子写真感光体に関し、詳しくは改善された電子写真特性を与える低分子の有機光導電体を有する電子写真感光体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来、電子写真感光体にはセレン、酸化亜鉛及び硫化カドミウム等の無機光導電性材料が広く使用されているが、近年有機光導電性材料を電子写真感光体として用いる研究が活発に行われて来ている。

【0003】 ここで電子写真感光体に要求される基本的な特性としては、1) 暗所においてコロナ放電等により適当な電位に帯電されること、2) 暗所における帯電保持率がよいこと、3) 光の照射により速やかに電荷を放電すること、4) 光の照射後の残留電位が少ないこと等が挙げられる。

【0004】 従来の、セレン、酸化亜鉛及び硫化カドミウム等の無機光導電性材料を用いた電子写真感光体は基本的な特性はある程度備えているけれども成膜性が困難である、可塑性が悪い、製造コストが高い、など製造上の問題を抱えている。更に無機光導電性材料は一般的に毒性が強く、これらの面からも無機物質から有機物質の感光体への使用が望まれている。一般的に有機系化合物は無機系化合物に比べ軽量で成膜性及び可撓性に優れ、製造コストも低く、更には毒性も弱い等の利点を有しており、近年有機化合物を用いた電子写真感光体が数多く提案され実用化されている。

【0005】 今まで有機系の電子写真感光体の代表的なものとしてはポリ-N-ビニルカルバゾールをはじめとする各種の有機光導電性ポリマーが提案されて来たが、これらのポリマーは無機系光導電性材料に比べ軽量性、成膜性などの点では優れているが、感度、耐久性、環境変化による安定性及び機械的強度等の点で無機系光導電性材料に比べ劣っているため実用化が困難であった。また、米国特許第4150987号公報などに開示のヒドラゾン化合物、米国特許第3837851号公報などに

記載のトリアリールピラゾリン化合物、特開昭51-94828号公報、特開昭51-94829号公報などに記載の9-スチリルアントラセン化合物などの低分子の有機光導電体が提案されている。この様な低分子の有機光導電体は、使用するバインダーを適当に選択することによって、有機光導電性ポリマーの分野で問題となっていた成膜性の欠点を解消できる様になったが、感度の点で十分なものとは言えない。このようなことから、近年感光層を電荷発生層と電荷輸送層に機能分離させた積層構造体が提案された。この積層構造を感光層とした電子写真感光体は、可視光に対する感度、電荷保持力、表面強度などの点で改善できるようになった。

【0006】 電荷輸送材料としてはこれ迄多くの有機化合物が提案されている。例えば特開昭52-72231号公報のピラゾリン化合物、米国特許842431号公報及び特開昭55-52063号公報のヒドラゾン化合物、特開昭57-195254号公報及び特開昭54-58445号公報のトリフェニルアミン化合物、特開昭-151955号公報及び特開昭58-198043号公報のスチルベン化合物などが開示されている。しかし従来の低分子の有機化合物を電荷輸送材料に用いた電子写真感光体では感度、特性が必ずしも十分でなく、また繰り返し帯電及び露光を行った際には明部電位と暗部電位の変動が大きくいまだ改善すべき点がある。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は先に述べた従来の感光体のもつ種々の欠点を解消した電子写真用感光体を提供することにある。

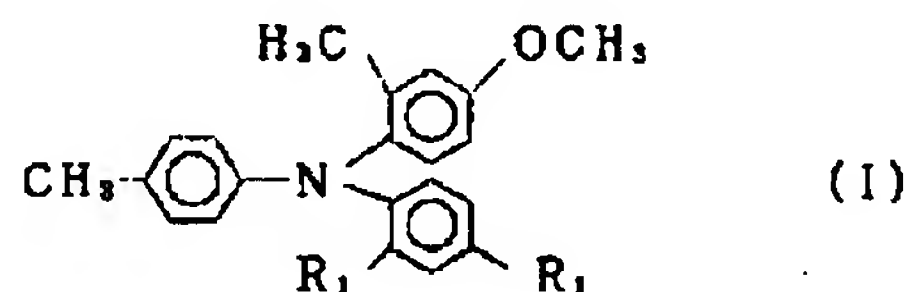
【0008】 本発明の他の目的は製造が容易で、且つ比較的安価で耐久性にも優れた新規な有機光導電体を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、前記目的を達成するために鋭意検討した結果、本発明を達成したものである。即ち、本発明は、下記一般式（I）で表わされるトリアリールアミン化合物（化2）

【0010】

【化2】



（式中、R₁ は水素原子またはメチル基を示す。） および、導電性支持体上に感光層を有する電子写真用感光体において、感光層が上記式（I）で示されるトリアリールアミン化合物を含有することを特徴とする電子写真用感光体に関する。

【0011】 本発明のトリアリールアミン化合物は一般式（I）で表わされ、R₁ は、水素原子またはメチル基

が代表として挙げられる。尚、メチル基の代わりにこれをメチル基以上の低級アルキル基 ($C_1 \sim C_{10}$)、例えば、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基等に変えたものも、本発明の技術的範囲（特許法70条）に含まれる均等物（EQUIVALENT）である。また、 R_1 は同一でも異なっても良い。また R_1 の置換位置は、オルト、パラのみならず、その他の位置に入

ったものも均等である。このような一般式（I）で表わ

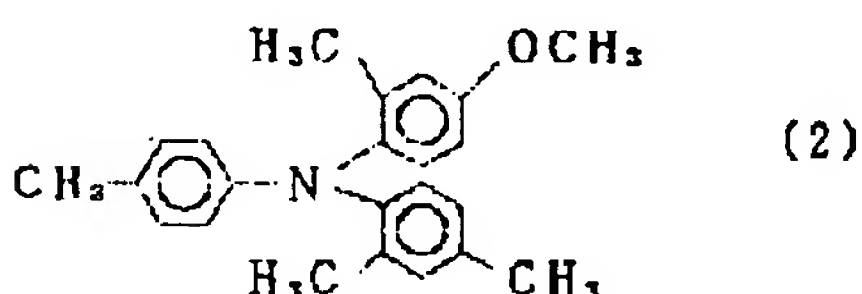
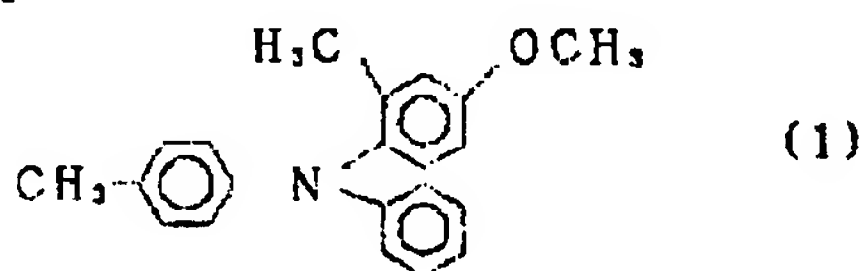
されるトリアリールアミン化合物としては、例えば、以

下のようなもの（式（1）、式（2））が挙げられる。

（化3）

【0012】

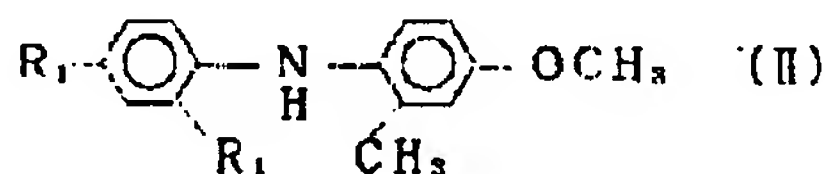
【化3】



本発明の一般式（I）で表わされるトリアリールアミン化合物は、新規化合物であり、例えばウルマン反応を利用して以下のようにして容易にかつ安価に製造することができる。p-ヨードトルエン等のハロゲン化アリールと下記一般式（II）で表わされるジアリールアミン（化4）と

【0013】

【化4】



（式中、 R_1 は水素原子またはメチル基を示す。）ハロゲン化アリールとほぼ等量の無水炭酸カリウム等の塩基および触媒として銅粉を用い、o-ジクロロベンゼン等の高沸点溶媒中で窒素等の不活性ガス通気下、攪拌しながら、 $100 \sim 300^\circ\text{C}$ の範囲、好ましくは $160 \sim 250^\circ\text{C}$ 程度の範囲で加熱し、 $5 \sim 50$ 時間の範囲、好ましくは $10 \sim 30$ 時間程度の範囲で反応を行う。反応終了後、反応液を放冷し、吸引濾過し、減圧下で濾液から溶媒を除去した後、残留物をシリカゲルカラム等で分離精製することにより得ることができる。

【0014】以上のようにして製造できる、一般式（I）で表わされるトリアリールアミン化合物は、白色結晶として得られ、電子写真用感光体として用いる場合、電子供与基を3個以上有するために高い移動度を持ち、オルト位とパラ位に置換しているため溶解性に優

れ、樹脂との相溶性も良い。

【0015】本発明の電子写真用感光体は、前記一般式（I）で表わされるトリアリールアミン化合物を電荷輸送物質として感光層に含有させてなるものである。電子写真用感光体としては、各種の形態の感光体が知られているが、本発明の感光体はそのいずれの形態であっても良い。本発明の好ましい具体例では、感光層を電荷発生層と電荷輸送層に機能分離した電子写真感光体の電荷輸送層に含有される電荷輸送物質として前記一般式（I）で示されるトリアリールアミン化合物を用いることができる。

【0016】本発明による電荷輸送層は、前記一般式（I）で示されるトリアリールアミン化合物と結着剤とを適当な溶剤に溶解せしめた溶液を塗布し、乾燥せしめることにより形成させることが好ましい。ここに用いる結着剤としては、例えばポリアリレート樹脂、ポリスルホン樹脂、ポリアミド樹脂、アクリル樹脂、アクリロニトリル樹脂、メタクリル樹脂、塩化ビニル樹脂、酢酸ビニル樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、ポリカーボネート、ポリウレタンあるいは共重合体樹脂例えばスチレン-ブタジエンコポリマー、スチレン-アクリロニトリルコポリマー、スチレン-マレイン酸コポリマーなどを挙げることができる。また、このような絶縁性ポリマーの他に、ポリビニルカルバゾール、ポリビニルアントラセンやポリビニルピレンなどの有機光導電性ポリマーも使用できる。

【0017】この結着剤と本発明の電荷輸送物質との配合割合は、結着剤100重量部当たり電荷輸送物質を10～500重量とすることが好ましい。

【0018】電荷輸送層は、下述の電荷発生層と電氣的に接続されており、電界の存在下で電荷発生層から注入された電荷キャリアを受けとるとともに、これらの電荷キャリアを表面まで輸送できる機能を有している。この際、この電荷輸送層は、電荷発生層の上に積層されていてもよく、またその下に積層されていてもよい。しかし、電荷輸送層は、電荷発生層の上に積層されていることが望ましい。この電荷輸送層は、電荷キャリアを輸送できる限界があるので、必要以上に膜厚を厚くすることができない。一般的には、 $5 \mu\text{m} \sim 40 \mu\text{m}$ であるが、好ましい範囲は $10 \mu\text{m} \sim 30 \mu\text{m}$ である。

【0019】この様な電荷輸送層を形成する際に用いる有機溶剤は、使用する結着剤の種類によって異なり、又は電荷発生層や下述の下引層を溶解しないものから選択することが好ましい。具体的な有機溶剤としては、メタノール、エタノール、イソプロパノールなどのアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノンなどのケトン類、N、N-ジメチルホルムアミド、N、N-ジメチルアセトアミドなどのアミド類、ジメチルスルホキシドなどのスルホキシド類、テトラヒドロフラン、ジオキサン、エチレングリコールモノメチルエー

5

テルなどのエーテル類、酢酸メチル、酢酸エチルなどのエステル類、クロロホルム、塩化メチレン、ジクロルエチレン、四塩化炭素、トリクロルエチレンなどの脂肪族ハロゲン化炭化水素類あるいはベンゼン、トルエン、キシレン、モノクロルベンゼン、ジクロルベンゼンなどの芳香族類などを用いることができる。

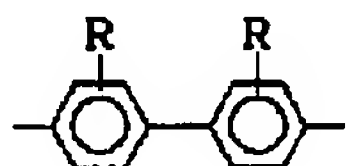
【0020】塗工は、浸漬コーティング法、スプレーコーティング法、マイヤーバーコーティング法、ブレードコーティング法などのコーティング法を用いて行うことができる。

【0021】乾燥は、室温における指触乾燥後、加熱乾燥する方法が好ましい。加熱乾燥は、一般的には30℃～200℃の温度で5分～2時間の範囲の時間で、静止または送風下で行うことが好ましい。

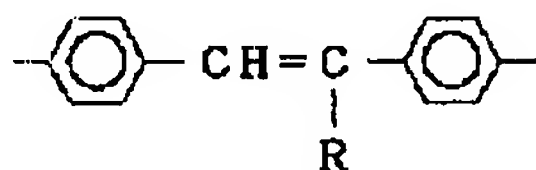
【0022】本発明の電荷輸送層には、種々の添加剤を外遊させて用いることもできる。例えば、ジフェニル、m-ターフェニル、ジブチルフタレートなどの可塑剤、シリコンオイル、グラフト型シリコンポリマー、各種フルオロカーボン類などの表面潤滑剤、ジシアノビニル化合物、カルバゾール誘導体などの電位安定剤、β-カロチン、Ni錯体、1,4-ジアザビシクロ〔2,2,2〕オクタンなどの酸化防止剤などを挙げることができる。

*

A-1

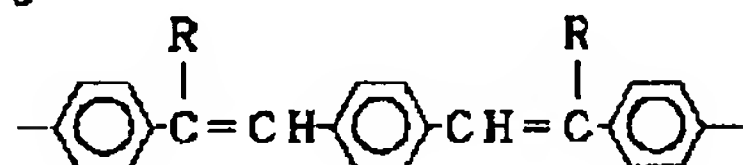
(R: H, Cl, OCH₃)

A-2



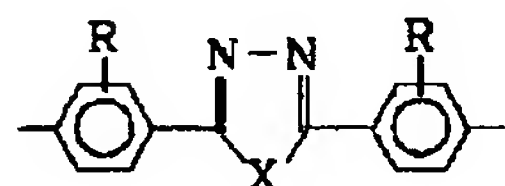
(R: H, CN)

A-3

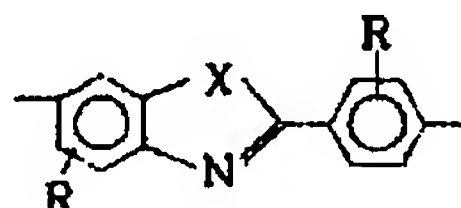


(R: H, CN)

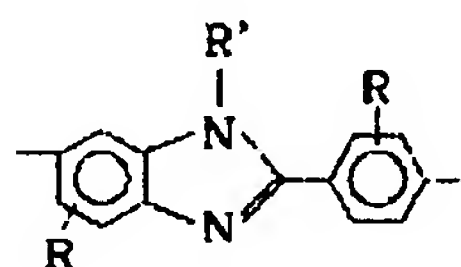

A-4

(X: O, S R: H, CH₃, Cl)

A-5

(X: O, S
R: H, CH₃, Cl)

A-6

(R: H, CH₃, Cl
R': H, CH₃, )

【0027】

50 【化7】

6

*【0023】本発明で用いる電荷発生層は、セレン、セレン-テルル、アモルファスシリコン等の無機の電荷発生物質、ピリリウム系染料、チアピリリウム系染料、アズレニウム系染料、チアシアニン系染料、キノシアニン系染料、アズレニウム系染料等のカチオン染料、スクババリウム塩系染料、フタロシアニン系顔料、アントアントロン系顔料、ジベンズピレンキノン系顔料、ピラントロン系顔料等の多環キノン顔料、インジゴ系顔料、キナクリドン系顔料、アゾ顔料等の有機電荷発生物質から選ばれた材料を単独ないしは組み合わせて用い、蒸発層あるいは塗布層として用いることができる。

【0024】本発明に使用される上記電荷発生物質のうち、アゾ顔料は多岐にわたっているが、特に効果の高いアゾ顔料の代表的構造例を以下に示す。アゾ顔料の一般式として、下記(化5)のように中心骨格をA、

【0025】

【化5】

A {N=N-Cp}_n

カプラー部分をCpとして表わせば(ここでn=2, or 3)、まずAの具体例としては次のようなもの(化6～化9)が挙げられる。

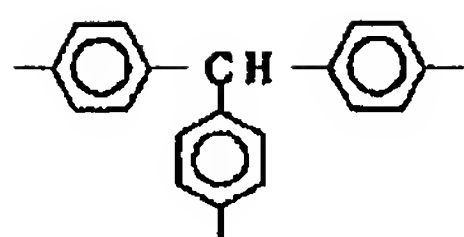
【0026】

【化6】

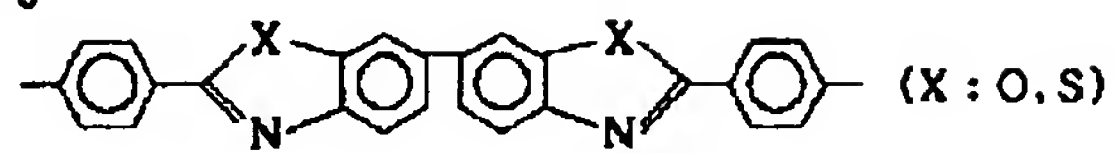
7

8

A-7

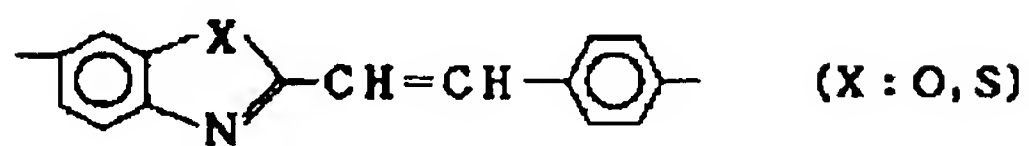


A-8



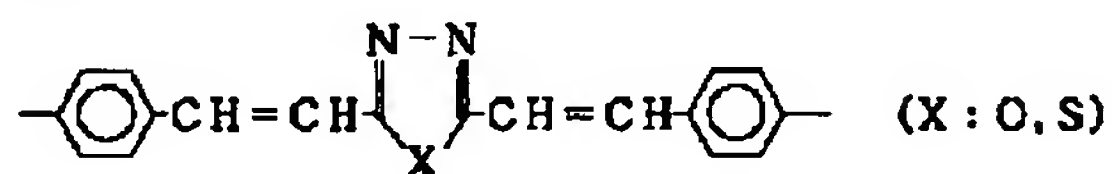
(X : O, S)

A-9



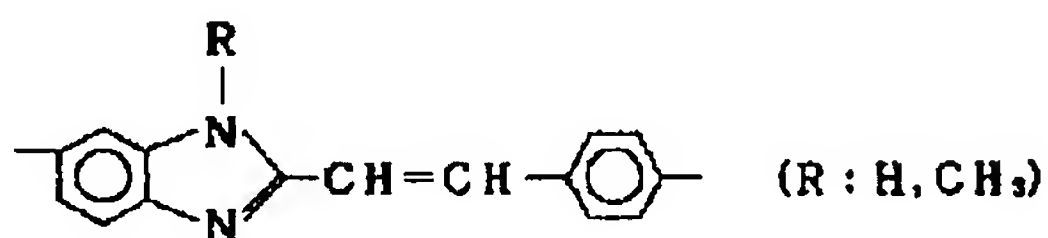
(X : O, S)

A-10

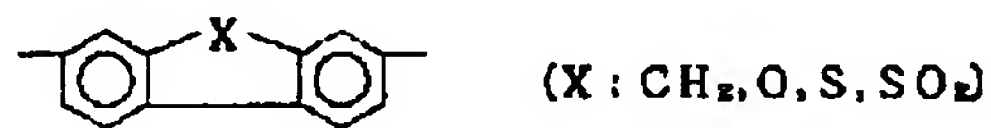


(X : O, S)

A-11

(R : H, CH₃)

A-12

(X : CH₂, O, S, SO₂)

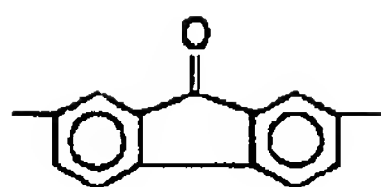
【0028】

【化8】

9

10

A-13



* [0029]

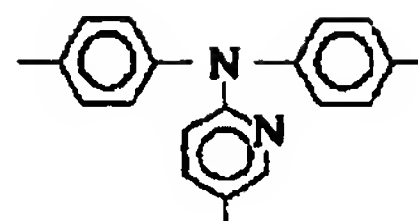
[化9]

A-20

A-14



(X: O, S)

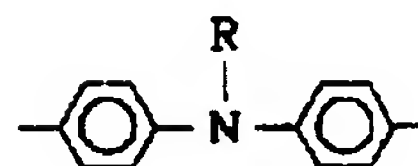


A-15

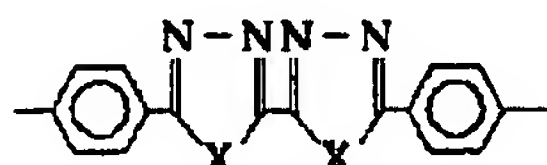


(X: O, S)

A-21

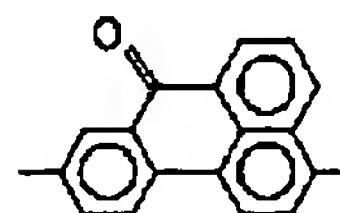
(R: H, CH₃)

A-16

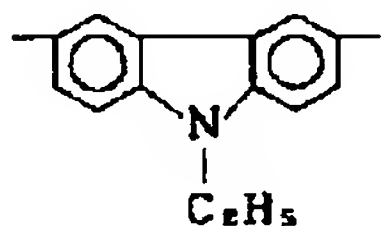


(X: O, S)

A-22



A-17

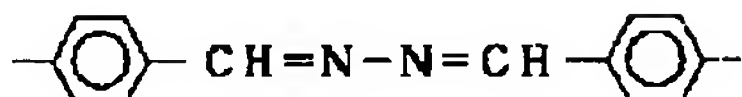


また、Cpの具体例としては次のようなもの（化10、
化11）が挙げられる。

[0030]

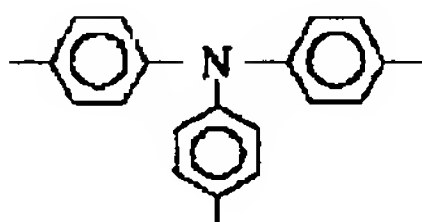
[化10]

A-18



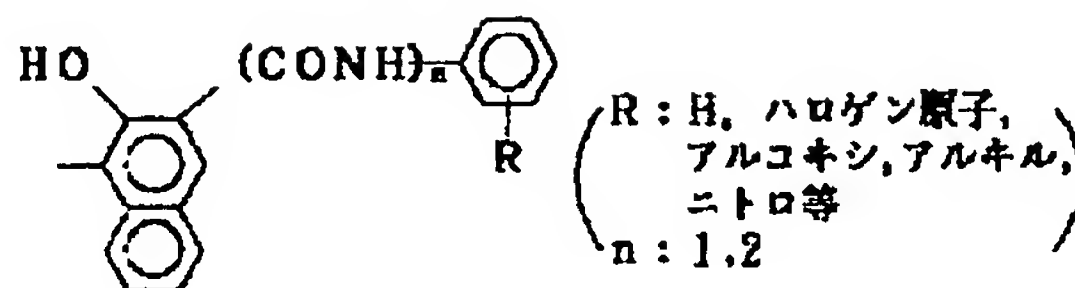
20

A-19



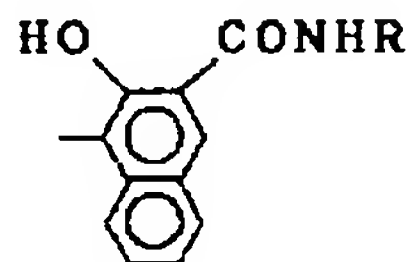
*

Cp-1

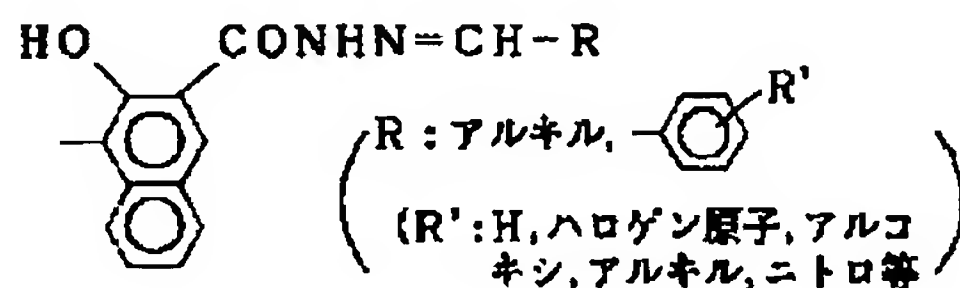


(R: H, ハロゲン原子,
アルコキシ, アルキル,
ニトロ等
n: 1, 2)

Cp-2

(R: CH₃, C₂H₅, C₃H₇)

Cp-3



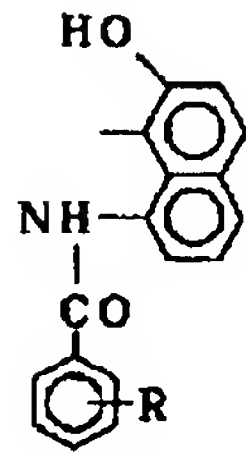
(R: アルキル, , R'
(R': H, ハロゲン原子, アルコ
キシ, アルキル, ニトロ等)

[0031]

[化11]

11

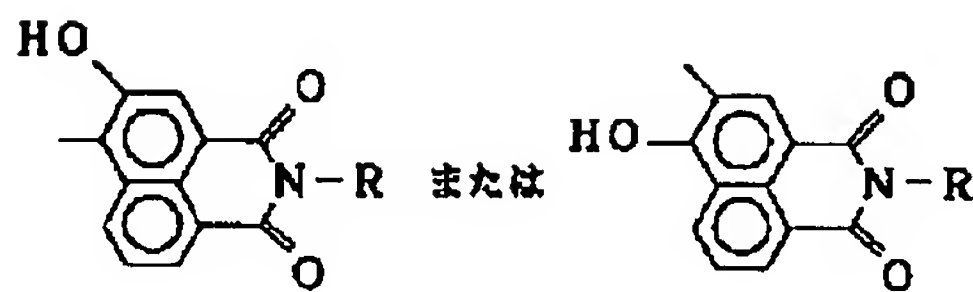
Cp-4



(R: H, ハロゲン原子, アルコキシ, アルキル, ニトロ等)

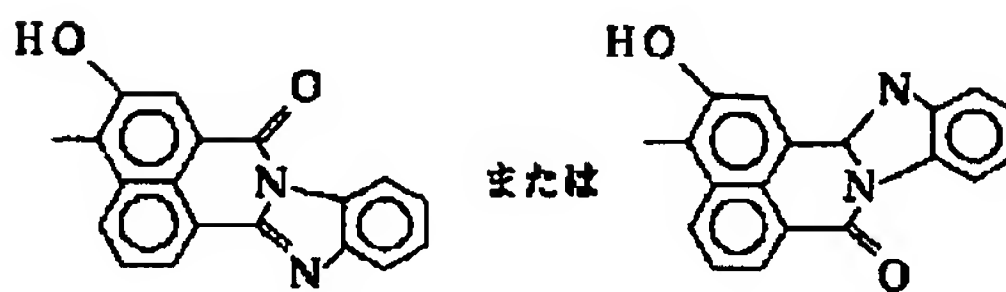
12

Cp-5

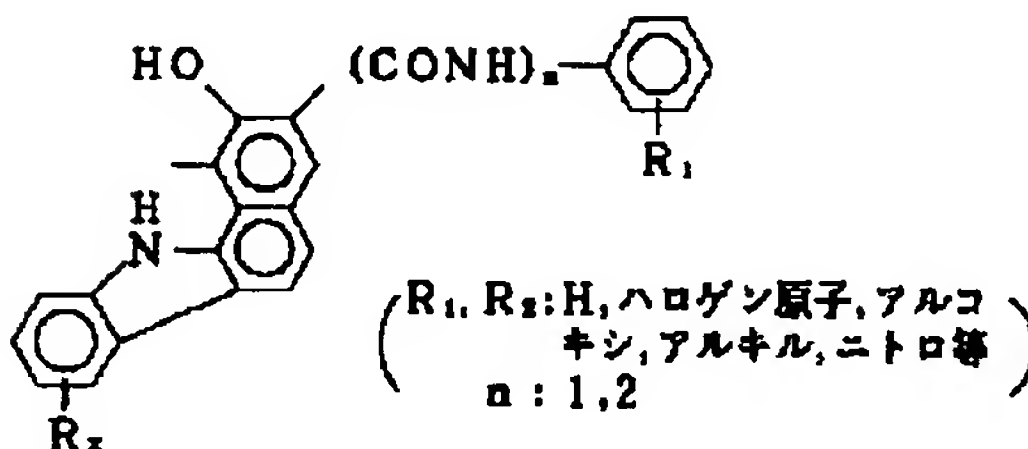


(R: アルキル, アリール等)

Cp-6



Cp-7

(R₁, R₂: H, ハロゲン原子, アルコキシ, アルキル, ニトロ等
n: 1, 2)

これらの中心骨格A及びカブラーCpは適宜組合わせにより電荷発生物質となる顔料を形成する。

【0032】電荷発生層は、前述の電荷発生物質を適当な結着剤に分散させ、これを支持体の上に塗工することによって形成でき、また、真空蒸着装置により蒸着膜を形成することによって得ることができる。

【0033】上記結着剤としては広範な絶縁性樹脂から選択でき、またポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリビニルアントラセンやポリビニルピレンなどの有機光導電性ポリマーから選択できる。好ましくは、ポリビニルブチラール、ポリアリレート（ビスフェノールAとフタル酸の縮合重合体など）、ポリカーボネート、ポリエステル、フェノキシ樹脂、ポリ酢酸ビニル、アクリル樹脂、ポリアクリルアミド樹脂、ポリアミド、ポリビニルピリジン、セルロース系樹脂、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂、カゼイン、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドンなどの絶縁性樹脂を挙げることができる。電荷発生層中に含有する樹脂は、80重量%以下、好ましくは40重量%以下が適している。

【0034】塗工の際に用いる有機溶剤としては、メタノール、エタノール、イソプロパノールなどのアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノ

ンなどのケトン類、N, N-ジメチルホルムアミド、N, N-ジメチルアセトアミドなどのアミド類、ジメチルスルホキシドなどのスルホキシド類、テトラヒドロフラン、ジオキサン、エチレングリコールモノメチルエーテルなどのエーテル類、酢酸メチル、酢酸エチルなどのエステル類、クロロホルム、塩化メチレン、ジクロルエチレン、四塩化炭素、トリクロルエチレンなどの脂肪族ハロゲン化炭化水素類あるいはベンゼン、トルエン、キシレン、モノクロルベンゼン、ジクロルベンゼンなどの芳香族類などを用いることができる。

【0035】電荷発生層は、十分な吸光度を得るために、できる限り多くの前記有機光導電体を含有し、且つ発生した電荷キャリアの寿命内にキャリアを電荷輸送層へ注入するために、薄膜層、例えば5μm以下、好ましくは0.01μm~1μmの膜厚をもつ薄膜層とすることが好ましい。このことは、入射光量の大部分が電荷発生層で吸収されて、多くの電荷キャリアを生成すること、さらに発生した電荷キャリアを再結合や捕獲（トラップ）により失活することなく電荷輸送層に注入する必要があることに帰因している。

【0036】この様な電荷発生層と電荷輸送層の積層構造からなる感光層は、導電性支持体の上に設けられる。

導電性支持体としては、支持体自体が導電性をもつもの、例えばアルミニウム、アルミニウム合金、銅、亜鉛、ステンレスなどを用いることができ、その他にアルミニウム、アルミニウム合金、酸化インジウム、酸化錫、酸化インジウム-酸化錫合金などを真空蒸着法によって被膜形成された層を有するプラスチック、導電性粒子（例えば、アルミニウム粉末、酸化チタン、酸化錫、酸化亜鉛、カーボンブラック、銀粒子など）を適当なバインダーとともにプラスチック又は前記金属支持体の上に被覆した支持体、導電性粒子をプラスチックや紙に含浸した支持体や導電性ポリマーを有するプラスチックなどを用いることができる。

【0037】導電性支持体と感光層の中間に、バリヤー機能と接着機能をもつ下引層を設けることもできる。下引層は、カゼイン、ポリビニルアルコール、ニトロセルロース、スチレン-アクリル酸コポリマー、ポリアミド（ナイロン6、ナイロン66、ナイロン610、共重合ナイロン、アルコキシメチル化ナイロンなど）、ポリウレタン、ゼラチン、酸化アルミニウムなどによって形成できる。下引層の膜厚は、0.1 μm ~5 μm 、好ましくは0.5 μm ~3 μm が適当である。

【0038】本発明の別の具体例では、前述のジスアゾ顔料あるいは、米国特許第3554745号、同第3567438号、同第3586500号公報などに開示のビリリウム染料、チアビリリウム染料、セレナビリリウム染料、ベンゾビリリウム染料、ベンゾチアビリリウム染料、ナフトビリリウム染料、ナフトチアビリリウム染料などの光導電性を有する顔料や染料を増感剤としても用いることができる。

【0039】また、別の具体例では、米国特許第3684502号公報などに開示のビリリウム染料とアルキリデンジアリーレン部分を有する電気絶縁重合体との共晶錯体を増感剤として用いることもできる。この共晶錯体は、例えば4-[4-ビス-(2-クロロエチル)アミノフェニル]-2,6-ジフェニルチアビリリウムパークロレートとポリ(4,4'-イソプロピリデンジフェニレンカーボネート)をハロゲン化炭化水素系溶剤（例えばジクロルメタン、クロロホルム、四塩化炭素、1,1-ジクロルエタン、1,2-ジクロルエタン、1,1,2-トリクロルエタン、クロルベンゼン、プロモベンゼン、1,2-ジクロルベンゼン）に溶解した後、これに非極性溶剤（例えば、ヘキサン、オクタン、デカン、2,2,4-トリメチルベンゼン、リグロインを加えることによって粒子状共晶錯体として得られる。この具体例における電子写真感光体には、スチレン-ブタジエンコポリマー、シリコン樹脂、ビニル樹脂、塩化ビニ

リデン-アクリロニトリルコポリマー、スチレン-アクリロニトリルコポリマー、ビニルアセテート-塩化ビニルコポリマー、ポリビニルブチラール、ポリメチルメタクリレート、ポリ-N-ブチルメタクリレート、ポリエステル類、セルロースエステル類などを結着剤として含有することができる。

【0040】本発明の電子写真用感光体は、電子写真複写機に利用するのみならず、レーザープリンター、CRTプリンター、電子写真式製版システムなどの電子写真応用分野にも広く用いることができる。

【0041】

【実施例】以下、本発明を実施例に従って説明する。

実施例1〔式(1)の化合物の製造〕

p-ヨードトルエン16.6g(76.1mmol)、N-(2-メチル-4-メトキシフェニル)アニリン10.0g(50.7mmol)、無水炭酸カリウム10.5g(76.1mmol)、および銅粉4.8gをo-ジクロロベンゼン50mlに加え、窒素通気下、攪拌下180℃で加熱を12時間行った。放冷後吸引濾過し、濾液を減圧下でo-ジクロロベンゼンを除去した。残留物をシリカゲルカラムで分離精製を行い目的化合物(1)8.7g(収率60%)を得た。元素分析値は以下の通りであった。(C₂₁H₂₁NOとして)

| | C | H | N |
|--------|-------|------|------|
| 理論値(%) | 83.13 | 6.98 | 4.62 |
| 実測値(%) | 83.08 | 7.01 | 4.65 |

【0042】実施例2〔式(2)の化合物の製造〕

p-ヨードトルエン13.6g(62.2mmol)、(2,2',4-トリメチル-4'-メトキシ)ジフェニルアミン10.0g(41.4mmol)、無水炭酸カリウム8.6g(62.2mmol)、および銅粉4.0gをo-ジクロロベンゼン50mlに加え、窒素通気下、攪拌下180℃で加熱を12時間行った。放冷後吸引濾過し、濾液を減圧下でo-ジクロロベンゼンを除去した。残留物をシリカゲルカラムで分離精製を行い目的化合物(2)8.0g(収率58%)を得た。元素分析値は以下の通りであった。(C₂₃H₂₃NOとして)

| | C | H | N |
|--------|-------|------|------|
| 理論値(%) | 83.34 | 7.60 | 4.23 |
| 実測値(%) | 83.29 | 7.62 | 4.26 |

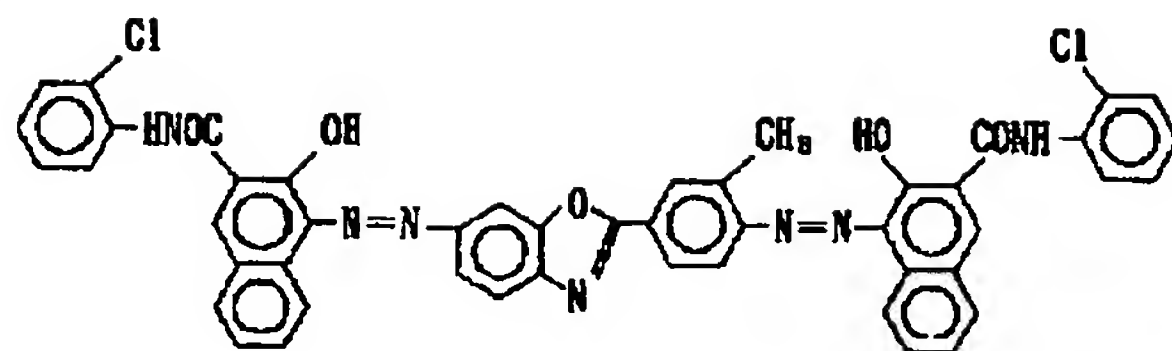
【0043】実施例3

下記構造式(化12)

【0044】

【化12】

15



16

で示されるジスアゾ顔料5gをブチラール樹脂（ブチラール化度63モル%）2gをシクロヘキサノン100mlに溶解した液とともにサンドミルで24時間分散し塗工液を調製した。この塗工液をアルミシート上に乾燥膜厚が0.2 μ mとなる様にマイヤーバーで塗布し電荷発生層を作製した。次に電荷輸送物質として前記式（1）の化合物10gとポリカーボネート樹脂（重量平均分子量20000）10gをモノクロルベンゼン70gに溶解し、この液を先の電荷発生層の上にマイヤーバーで塗布し乾燥膜厚が20 μ mの電荷輸送層を設け積層の電子写真感光体を作製した。この様にして作製した電子写真感光体を川口電機（株）製静電複写紙試験装置Model-EPA-8100を用いてスタチック方式で-5K*

*Vでコロナ帯電し、暗所で1秒間保持した後、照度20luxで露光し帯電特性を調べた。帯電特性としては、表面電位（ V_0 ）と1秒間暗減衰させた時の電位（ V_1 ）を1/2に減衰するに必要な露光量（ $E^{1/2}$ ）を測定した。さらに繰り返し使用した時の明部電位と暗部位の変動を測定するために、本実施例で作製した感光体の帯電露光操作を5000回繰り返し、初期と5000回後の明部電位（ V_L ）及び暗部電位（ V_D ）の変動を測定した。なお、初期の V_0 と V_L は各々-700V、-200Vとなる様に設定した。その結果を第1表に示す。

【0045】

【表1】

第1表

| | V_0 (V) | V_1 (V) | $E^{1/2}$ (lux·sec) | 初期電位 (V) | | 5000回後 電位 (V) |
|------|--------------|--------------|------------------------|-------------|------|------------------|
| 実施例3 | -695 | -690 | 1.6 | V_0 | -700 | -692 |
| | | | | V_L | -200 | -211 |
| 実施例4 | -700 | -695 | 1.6 | V_0 | -700 | -690 |
| | | | | V_L | -200 | -209 |
| 比較例1 | -697 | -694 | 3.4 | V_0 | -700 | -651 |
| | | | | V_L | -200 | -315 |

【0046】実施例4

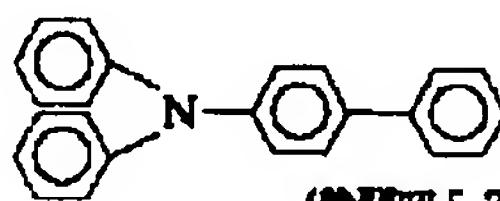
電荷輸送物質として式（1）の化合物の代わりに式（2）の化合物10gを用いる以外は、実施例3と同様の方法で感光体を作製し、帯電特性を測定した。その結果を第1表に示す。

【0047】比較例1

下記構造式（化13）の化合物を電荷輸送物質として用いたほかは実施例3と同様の方法によって、電子写真感光体を作製し、電子写真特性を測定した。その結果を第1表に示す。

【0048】

【化13】



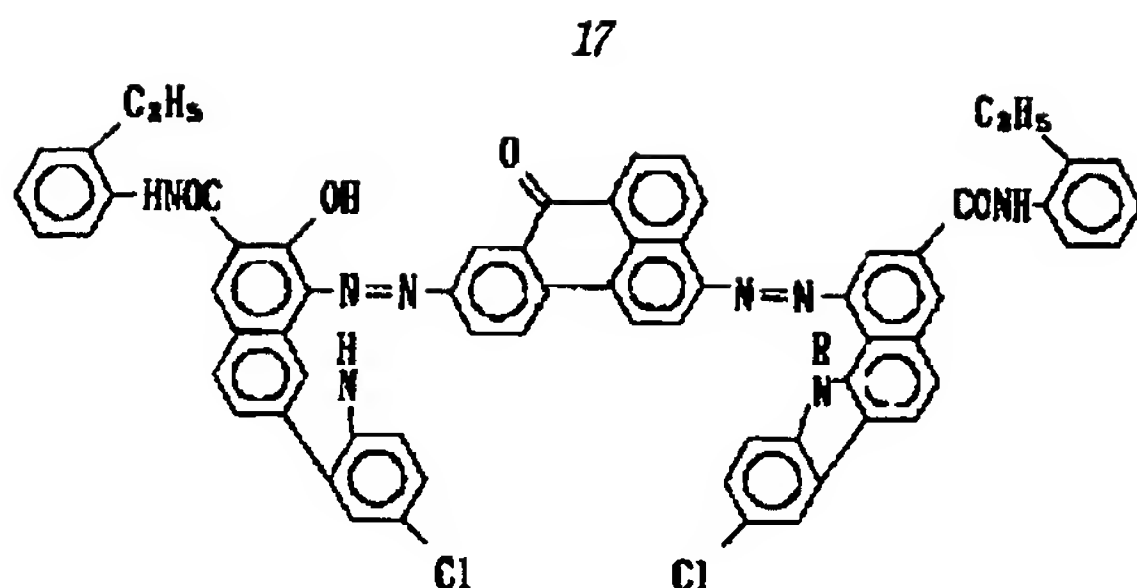
(特開昭57-195254号公報記載)

40 【0049】実施例5

アルミ基板上にメトキシメチル化ナイロン樹脂（数平均分子量32000）5gとアルコール可溶性共重合ナイロン樹脂（数平均分子量29000）10gをメタノール95gに溶解した液をマイヤーバーで塗布し、乾燥後の膜厚が1 μ mの下引き層を設けた。次に下記構造式（化14）

【0050】

【化14】



で示される電荷発生物質10g、ブチラール樹脂（ブチラール化度63モル%）5gとジオキサン200gを、ボールミル分散機で48時間分散を行った。この分散液を先に製造した下引層の上にブレードコーティング法により塗布し、乾燥後の膜厚が0.15μmの電荷発生層を作製した。次に前記式（1）の化合物10g、ポリメチルメタクリレート樹脂（重量平均分子量50,000）10gをモノクロルベンゼン70gに溶解し、先に形成した電荷発生層の上にブレードコーティング法により塗布し、乾燥後の膜厚が19μmの電荷輸送層を作製した。こうして作製した感光体に-5KVのコロナ放電を行った。この時の表面電位を測定した（初期電位 V_0 ）。さらに、この感光体を一秒間暗所で放置した後の表面電位を測定した。感度は、暗減衰した後の電位 V_1 を1/2に減衰するに必要な露光量（ $E^{1/2}$ 、 $\mu J/cm^2$ ）を測定することによって評価した。この際、光源としてガリウム/アルミニウム/ヒ素の三元系半導体レーザー（出力：5mW；発振波長780nm）を用いた。これらの結果は、次のとおりであった。

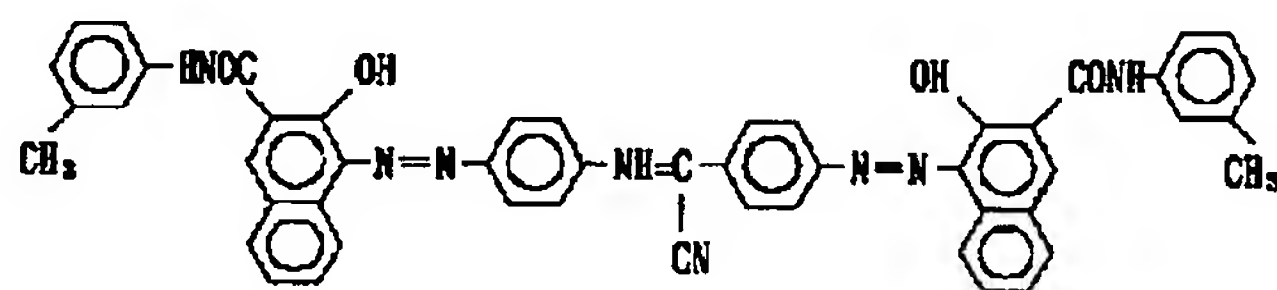
【0051】 V_0 : -700V

V_1 : -694V

$E^{1/2}$: 0.54 $\mu J/cm^2$

【0052】実施例6

電荷輸送物質として式（1）の化合物の代わりに式（2）の化合物10gを用いる以外は、実施例5と同様の方法で感光体を作製し、帯電特性を測定した。この結果を次に示す。



で示される顔料5gをテトラヒドロフラン95ml中サンドミルで20時間分散した。次いで電荷輸送物質として前記式（1）の化合物5gとビスフェノールZ型ポリカーボネート樹脂（重量平均分子量50,000）10gをモノクロルベンゼン30mlに溶かした液を先に作製した分散液に加え、サンドミルでさらに2時間分散した。この分散液を先に形成した下引層上に乾燥後の膜厚が20μmとなるようにマイヤーバーで塗布し乾燥した。このように作製した感光体の電子写真特性を実施例5と同様の方法で測定した。この結果を次に示す。

50

18

* 【0053】 V_0 : -700V

V_1 : -692V

$E^{1/2}$: 0.52 $\mu J/cm^2$

【0054】実施例7

チタニルオキシフタロシアニン10gをジオキサン485gにフェノキシ樹脂5gを溶かした液に加えてボールミルで2時間分散した。この分散液をアルミシート上にマイヤーバーで塗布し、80℃で2時間乾燥させ、0.5μmの電荷発生層を作製した。次に前記式（1）の化合物10g、ビスフェノールZ型ポリカーボネート樹脂（重量平均分子量50000）10gをモノクロルベンゼン70gに溶解した液を、先に形成した電荷発生層の上にマイヤーバーで塗布し、90℃で2時間乾燥させ、19μmの電荷輸送層を形成した。このようにして作製した感光体を実施例5と同様の方法で測定した。この結果を次に示す。

【0055】 V_0 : -697V

V_1 : -693V

$E^{1/2}$: 0.62 $\mu J/cm^2$

【0056】実施例8

電荷輸送物質として式（1）の化合物の代わりに式（2）の化合物10gを用いる以外は、実施例7と同様の方法で感光体を作製し、帯電特性を測定した。この結果を次に示す。

【0057】 V_0 : -698V

V_1 : -693V

$E^{1/2}$: 0.60 $\mu J/cm^2$

【0058】実施例9

アルミ板上に可溶性ナイロン（6-66-610-12四元ナイロン共重合体）の5%メタノール溶液を塗布し、乾燥膜厚が0.5μmの下引層を作製した。次に下記構造式（化15）

【0059】

【化15】

【0060】 V_0 : -701V

V_1 : -690V

$E^{1/2}$: 3.21lux·sec

【0061】実施例10

電荷輸送物質として式（1）の化合物の代わりに式（2）の化合物5gを用いる以外は、実施例9と同様の方法で感光体を作製し、帯電特性を測定した。この結果を次に示す。

【0062】 V_0 : -701V

50 V_1 : -690V

19

 $E^{1/2} : 3.0 \text{ lux} \cdot \text{sec}$

【0063】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によるトリ
アリールアミン化合物を含有する電子写真感光体は高感

20

度であり、また繰り返し帯電・露光による連続画像形成
に際して明部電位と暗部電位の変動が小さい耐久性に優
れた電子写真感光体を提供できるものである。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☒ **FADED TEXT OR DRAWING**

☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.